

# METHOD OF DETERMINING THE BEGINNING OF CRYSTALLIZATION WHEN GROWING CRYSTALS FROM SOLUTION-MELT

**Publication number:** SU1589173

**Publication date:** 1990-08-30

**Inventor:** VORONOV ALEKSEJ P (SU); EPIFANOV YURIJ M (SU); KOSMYNA MIRON B (SU); NEKRASOV VASILIJ V (SU); SUZDAL VIKTOR S (SU)

**Applicant:** VORONOV ALEKSEJ P (SU); EPIFANOV YURIJ M (SU); KOSMYNA MIRON B (SU); NEKRASOV VASILIJ V (SU); SUZDAL VIKTOR S (SU)

**Classification:**

- international: **G01N25/04; G01N25/02;** (IPC1-7): G01N25/04

- European:

**Application number:** SU19884615320 19881102

**Priority number(s):** SU19884615320 19881102

[Report a data error here](#)

Abstract not available for SU1589173

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**XP-002204564**

**AN - 1991-138522 [19]**

**AP - SU19884615320 19881102**

**CPY - VORO-I**

**DC - J04 S03**

**FS - CPI;EPI**

**IC - G01N25/04**

**IN - ELIFANOV Y U M; KOSMYNA M B; VORONOV A P**

**MC - J04-C**

**- S03-E01A**

**PA - (VORO-I) VORONOV A P**

**PN - SU1589173 A 19900830 DW199119 000pp**

**PR - SU19884615320 19881102**

**XA - C1991-059998**

**XIC - G01N-025/04**

**XP - N1991-106305**

**AB - SU1589173 Enhanced accuracy and faster time for determining the solid phase content in the melt at the start of crystallisation during crystal pulling from the melt of metal oxides are ensured when the content amts. to 0.01-0.001 wt.%. The temp. and the electrical resistance are measured at the surface of the melt at periods of 30-60 sec., and a time recording is carried out of the dependence on the resistivity temp. effect factor. The start of the crystallisation is judged from the change of the above value by 10-100 times.**

- The superheated melt is cooled at a rate of 25-50 deg. C/h and at the same time its resistivity is periodically checked using the reversible shifter (1), digital phase modulator (3) and sensing electrode (2) connected to temp. detector (5) of the data processor (7). The latter drives the indicator (8) and is linked to resistivity sensor (6).**

- ADVANTAGE - The unit accelerates the measurement of solids content during the cooling of the super-heated oxide metal melt.**

**Bul.32/30.8.90 (3pp Dwg.No. 1/1)**

**IW - METAL OXIDE MELT CRYSTAL START DETECT MEASURE TEMPERATURE RESISTOR  
MELT SURFACE RECORD TEMPERATURE RESISTANCE DEPEND**

**IKW - METAL OXIDE MELT CRYSTAL START DETECT MEASURE TEMPERATURE RESISTOR  
MELT SURFACE RECORD TEMPERATURE RESISTANCE DEPEND**

**INW - ELIFANOV Y U M; KOSMYNA M B; VORONOV A P**

**NC - 001**

**OPD - 1988-11-02**

**ORD - 1990-08-30**

**PAW - (VORO-I) VORONOV A P**

**TI - Metal oxide melt crystallisation - start detector measures temp. and resistivity at melt surface and records temperature-resistance dependence**



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1589173 A1**

(51) 5 G 01 N 25/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГНТ СССР

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1  
(21) 4615320/25-25  
(22) 02.11.88  
(46) 30.08.90. Бюл. № 32  
(72) А.П.Воронов, Ю.М.Епифанов,  
М.Б.Космына, В.В.Некрасов  
и В.С.Суздаль  
(53) 536.06 (088.8)  
(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 508727, кл. G 01 N 25/02, 1974.  
Коновалов О.М., Коновалова М.Я.  
Определение начала кристаллизации  
железо-иттриевого граната по элект-  
ропроводимости расплавов. Харьков:  
ВНИИ монокристаллов. - Монокристал-  
лы и техника, 1970, вып. 1, с. 21.

Изобретение относится к физико-химическому анализу и может быть использовано в химической промышленности при получении кристаллов и эпитаксиальных слоев металлооксидов.

Целью изобретения является повышение точности и уменьшение времени определения при содержании твердой фазы в расплаве от 0,1 до 0,001 мас.%.  
На чертеже изображено устройство для реализации предлагаемого способа.

Способ осуществляют следующим образом.  
Расплавляют смесь окислов, перегревают расплав и охлаждают его со

2  
(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЧАЛА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРА-РАСПЛАВА  
(57) Изобретение относится к физико-химическому анализу, а именно к способам определения начала кристаллизации при выращивании кристаллов из раствора-расплава. Цель изобретения - повышение точности и уменьшение времени определения при содержании твердой фазы в расплаве от 0,01 до 0,001 мас.% - достигается тем, что температуру и электросопротивление измеряют на поверхности расплава периодически через 30-60 с, регистрируют временную зависимость температурного коэффициента электросопротивления, а о начале кристаллизации судят по изменению его величины в 10-100 раз. 1 ил.

скоростью 25-50°C/ч. Одновременно измеряют температуру и электросопротивление на поверхности расплава периодически через 30-60 с и регистрируют временную зависимость температурного коэффициента электросопротивления, а о начале кристаллизации судят по изменению его величины в 10-100 раз.

Устройство содержит блок 1 перемещений, измерительный электрод 2, цифровой фазовый модулятор 3, блок 4 управления, блок 5 фиксации температуры, блок 6 фиксации электросопротивления, блок 7 обработки информа-

(19) **SU** (11) **1589173 A1**

ции, блок 8 индикации, тигель 9 с раствором-расплавом.

Блок 1 перемещения содержит реверсивный двигатель с ходовым винтом.

Цифровой фазовый модулятор 3 содержит генератор синусоидального сигнала, преобразователь фазового сдвига, коммутатор и блок синхронизации, реверсивный счетчик, схему сравнения и задающее устройство.

Блок 4 управления содержит триггер и согласующий блок.

Блок 5 фиксации температуры содержит коммутатор, аналого-цифровой преобразователь и регистр памяти.

Блок 6 фиксации электросопротивления содержит счетчик импульсов, схему сравнения, задающее устройство, блок синхронизации.

Блок 7 обработки информации содержит вычислительное устройство типа "Электроника ДЗ-28", входящее в управляющую микросхему ВУМС-001.

Блок 8 индикации содержит дисплей, термopечатное устройство, схему звуковой сигнализации.

Момент начала кристаллизации определяют следующим образом.

При помощи блока 1 перемещений измерительный электрод 3 переводят в режим периодического соприкосновения в центральной части тигля 9 с раствором-расплавом, куда в последующем вводят затравку.

При каждом касании расплава осуществляют измерение его температуры и электросопротивления, причем значение температуры получают в блоке 5 фиксации температуры, а значение электросопротивления, после преобразования в цифровой модуляторе 3 - в блоке 6 фиксации электросопротивления.

По величине скачка сопротивления в момент касания расплава в цифровом

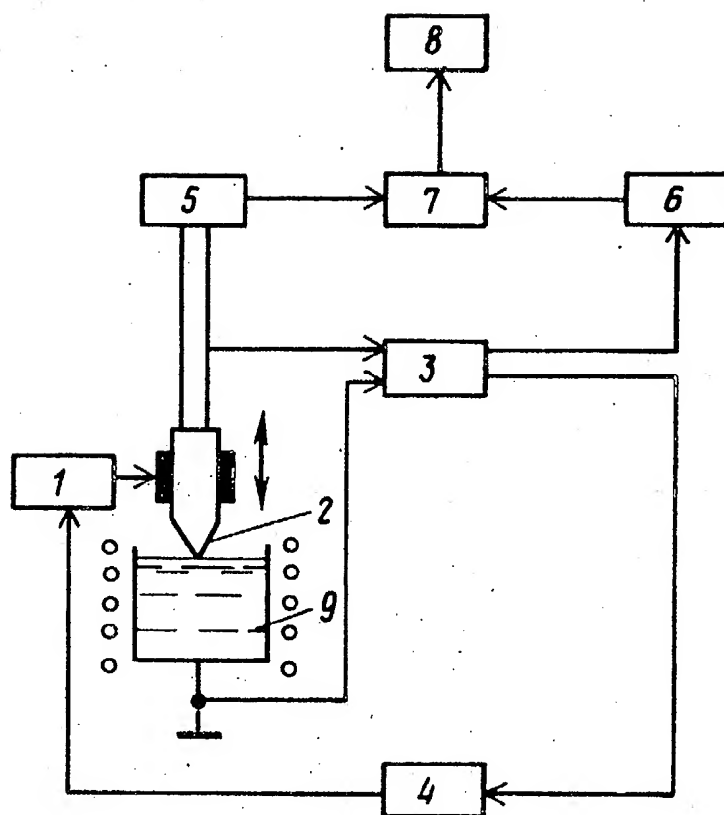
фазовом модуляторе 3 формируют сигнал для блока 4 управления, осуществляющего реверс двигателя блока 1 перемещений.

В блоке 7 обработки информации вычисляют величины изменения температуры  $\Delta T_k = T(t_n) - T(t_{n-1})$ , где  $T(t_n)$  - значение температуры в момент времени  $t_n$ ,  $T(t_{n-1})$  - значение температуры в момент времени  $t_{n-1}$ , и электросопротивления  $\Delta r_k = r(t_n) - r(t_{n-1})$ , а затем определяют величину их отношения  $\beta_k = \Delta T_k / \Delta r_k$ .

Результаты измерения параметров и результаты их вычисления в табличной и графической форме выводятся на блок 8 индикации. Величину  $\beta_k$  в блоке 7 обработки информации сравнивают с  $\beta_{\text{макс}}$  и при достижении  $\beta_k \gg \beta_{\text{макс}}$  включают звуковую сигнализацию. Этот момент фиксируют как начало кристаллизации при выращивании кристаллов из раствора-расплава.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ определения начала кристаллизации при выращивании кристаллов из раствора-расплава окислов металлов, заключающийся в расплавлении смеси окислов, перегреве расплава и охлаждении его со скоростью 25-50 град/ч с одновременным измерением температуры и электросопротивления, отличающийся тем, что, с целью повышения точности и уменьшения времени определения при содержании твердой фазы в расплаве 0,01 - 0,001 мас.%, температуру и электросопротивление измеряют на поверхности расплава периодически через 30-60 с, регистрируют временную зависимость температурного коэффициента электросопротивления, а о начале кристаллизации судят по изменению его величины в 10-100 раз.



Составитель С.Беловодченко

Редактор Е.Копча Техред Л.Олейник

Корректор М.Похо

Заказ 2536

Тираж 499

Подписное

ВНИИТИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101